(19)日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号 特開2000-309704 (P2000-309704A)

(43)公開日 平成12年11月7日(2000.11.7)

(51) Int.Cl.'		識別記号		FΙ					テーマコード(参考)		
C08L	79/08			C 0	8 L	79/08		Z	4F006		
C081	5/00	CEW		CO	8 J	5/00		CEW	4F071		
		CFH						CFH	4H017		
	7/04	CEW				7/04		CEWZ	4J002		
		CFH						CFHZ	4J038		
			審查請求	未請求	請求	項の数17	OL	(全 11 頁)	最終頁に続く		
(21)出顯番	}	特顧平11-117265		(71)	出顧人	-		集式会社			
(22) 出願日		平成11年4月23日(1999.4	年4月23日(1999.4.23)				大阪府大阪市北 梅田センタービ				
				(72)	発明者	大阪府	摂津市	西一津屋 1 都	番1号 ダイキン		
				(72)	発明者	大阪府	摂津市	西一津屋 1 和 定川製作所に	番1号 ダイキン		
				(74)	代理人			奈 宗太	(外1名)		
									最終頁に続く		

(54) 【発明の名称】 架橋性エラストマー用フィラーおよびそれを含有する架橋性エラストマー組成物

(57)【要約】

【課題】 極めて異物の混入を嫌う半導体製造装置における封止のためのシール材など用の組成物に配合する、酸素プラズマ照射およびCF,プラズマ照射のいずれにおいても重量変化が小さいフィラーおよび架橋性エラストマー組成物を提供する。

【解決手段】 酸素プラズマ照射およびCF₁プラズマ 照射前後の重量変化がいずれも4mg/cm²・hr以 下であるイミド構造を有する架橋性エラストマー用のフィラー、および該フィラーとフッ素系エラストマーなど の架橋性エラストマーとからなる架橋性エラストマー組 成物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 流量200sccm、圧力280ミリトール、RF電力400Wおよび照射時間54分間の条件で測定した酸素プラズマ照射およびCF、プラズマ照射前後の重量変化がいずれも4mg/cm²・hr以下である架橋性エラストマー用のフィラー。

【請求項2】 重量変化が1mg/cm²・hr以下である請求項1記載のフィラー。

【請求項3】 主鎖に熱的、化学的に安定な芳香族環を有し耐熱温度150℃以上である請求項1または2記載 10のフィラー。

【請求項4】 主鎖中にアミド結合をもつ合成高分子化合物またはイミド結合をもつ合成高分子化合物からなる請求項1~3のいずれかに記載のフィラー。

【請求項5】 請求項1~4のいずれかに記載のフィラーと架橋性エラストマーとを含む架橋性エラストマー組成物。

【請求項6】 前記架橋性エラストマー100重量部に 対して前記フィラーを1~150重量部含有する請求項 5記載の架橋性エラストマー組成物。

【請求項7】 架橋性エラストマーが、フッ素系エラストマーまたはシリコーン系エラストマーである請求項5または6記載の架橋性エラストマー組成物。

【請求項8】 請求項5~7のいずれかに記載の架橋性 エラストマー組成物からなる成形用架橋性エラストマー 材料

【請求項9】 前記架橋性エラストマー100重量部に対して前記フィラーを1~150重量部および架橋剤を0.05~10重量部含有する請求項8記載の成形用架橋性エラストマー材料。

【請求項10】 架橋性エラストマーが、フッ素系エラストマーまたはシリコーン系エラストマーである請求項8または9記載の成形用架橋性エラストマー材料。

【請求項11】 請求項8~10のいずれかに記載の成 形用架橋性エラストマー材料を架橋成形して得られる成 形品。

【請求項12】 半導体製造装置における封止のためのシール材である請求項11記載の成形品。

【請求項13】 請求項5~7のいずれかに記載の架橋 性エラストマー組成物からなるコーティング用架橋性エ 40 ラストマー材料。

【 請求項14】 前記架橋性エラストマー100重量部 に対して前記フィラーを1~150重量部および架橋剤 を0.1~10重量部含有する請求項13記載のコーティング用架橋性エラストマー材料。

【請求項15】 架橋性エラストマーが、フッ素系エラストマーまたはシリコーン系エラストマーである請求項13または14記載のコーティング用架橋性エラストマー材料

【請求項16】 請求項13~15のいずれかに記載の 50 ある。そこで前記のような各種のフィラーが提案されて

コーティング用架橋性エラストマー材料をエラストマー 性成形物の表面にコーティングしたのち架橋して得られ

る被覆成形品。

【請求項17】 半導体製造装置における封止のためのシール材である請求項16記載の被覆成形品。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】本発明は、半導体の製造工程で必ず曝される酸素(O₁)プラズマ処理およびCF₄プラズマ処理に対して重量変化が共に小さく、プラズマ処理において異物(パーティクル)の発生を顕著に抑制し得るフィラーおよび該フィラーを含有する架橋性エラストマー組成物、ならびに該組成物を用いた各種材料および各種最終製品に関する。

[0002]

【従来の技術】半導体や液晶の製造では、シリコンウェハーなどのCVDやドライエッチング、アッシングなどの段階で酸素プラズマおよびCF、プラズマなど種々のブラズマを使用した各種の処理がなされている。こうしたプラズマ使用する処理装置では種々の連結部分や可動部分に封止のためにエラストマー性のシール材が使用されている。これらのシール材にはシール性だけではなく、微細化や基板ウェハーの大型化により、高密度(10¹²~10¹¹/cm³)という厳しいプラズマ処理条件に耐えられ、極めて精密な加工が要求される半導体を汚染しないことが要求される。このような要求に対応できるシール材のエラストマー性の材料として架橋性のフッ素系エラストマーおよびシリコーン系エラストマーが採用されている。

30 【0003】ただ、エラストマー単独ではいかに架橋したとしても充分な機械的強度が得られないため、通常、有機または無機フィラーが配合されている。しかしフィラーといえども前記の性能(分解して異物を発生しないなど)が要求され、どのようなフィラーでもよいわけではない。従来から使用または提案されているフィラーには、カーボンブラック、シリカ(特許第2783576号公報、特許第2858198号公報)、ポリテトラフルオロエチレン(PTFE)粉末、酸化チタン粉末、クレー、タルク、硫酸パリウムなどがある。

[0004]

【発明が解決しようとする課題】しかしこれらのフィラーは、酸素プラズマ処理では安定であるがCF、プラズマ処理では分解して重量減少を生じてしまったり(シリカ、酸化チタンなど)、逆に、CF、プラズマ処理では安定であるが酸素プラズマ処理では分解して重量減少を生じてしまう(カーボンブラック、PTFE粉末)。フィラーがプラズマ照射により重量変化、特に重量減少を生じることは、減少した部分が何らかの形で半導体や液晶に不要な異物として悪影響を与えていることは確実である。そとで前即のような条種のフィラーが提案されて

いるのであるが、プラズマの種類が異なれば重量変化の 状況も変わってしまい、両プラズマ処理で共に安定なフ ィラーは知られていない。

【0005】本発明は、酸素プラズマ処理およびCH。 ブラズマ処理のいずれの処理に対しても安定で重量減少 が極めて少ないフィラーおよびこのフィラーと架橋性エ ラストマーとを含む架橋性エラストマー組成物などを提 供することを目的とする。

[0006]

【課題を解決するための手段】すなわち本発明は、流量 10 好ましくは $1 m g / c m^{3} \cdot h r$ 以下である。 200sccm、圧力280ミリトール、RF電力40 ○Wおよび照射時間54分間の条件で測定した酸素プラ ズマ照射およびCF、プラズマ照射前後の重量変化がい ずれも4mg/cm'・hr以下、好ましくは1mg/ cm'・hr以下である架橋性エラストマー用のフィラ ーに関する。

【0007】かかるフィラーとしては、主鎖に熱的、化 学的に安定な芳香族環を有し耐熱温度 150°C以上であ るもの、特に主鎖中にアミド結合をもつ合成高分子化合 物またはイミド結合をもつ合成高分子化合物からなるも 20 ミド系フィラーが、耐熱性、低含有金属性、低アウトガ のが好ましい。

【0008】本発明のフィラーの形状は特に限定され ず、繊維状、粒子状、薄片状などの種々の形状で使用で きる。

【0009】本発明は、さらに上記のフィラーと架橋性 エラストマーとを含む架橋性エラストマー組成物に関す

【0010】との架橋性エラストマー組成物は、前記架 **極性エラストマー100重量部に対して前記フィラーを** 1~150重量部含有するものが好ましく、また架橋性 30 エラストマーがフッ素系エラストマーまたはシリコーン 系エラストマーであることが好ましい。

【0011】また、この架橋性エラストマー組成物は成 形用架橋性エラストマー材料として、またはコーティン グ用架橋性エラストマー材料として利用できる。

【0012】成形用材料とするときは、前記架橋性エラ ストマー100重量部に対して前記フィラーを1~15 0重量部および架橋剤を0.05~10重量部含有した ものが好ましい。

【0013】コーティング用材料とするときは、前記架 40 橋性エラストマー100重量部に対して前記フィラーを 1~150重量部および架橋剤を0.1~10重量部含 有したものが好ましい。

【0014】さらにまた本発明は、成形用架橋性エラス トマー材料を架橋成形して得られる成形品、特に半導体 製造装置における封止のためのシール材に関する。

【0015】また本発明は、コーティング用架橋性エラ ストマー材料をエラストマー性成形物の表面にコーティ ングしたのち架橋して得られる被覆成形品、特に半導体 製造装置における封止のためのシール材に関する。

[0016]

【発明の実施の形態】本発明の架橋性エラストマー用の フィラーは、前記の条件で測定した酸素プラズマ照射お よびCF、プラズマ照射前後の重量変化がいずれも4m g/cm²·hr以下である。

[0017] 基準としたプラズマ照射条件は、半導体製 造の実際の処理環境を念頭に設定しており、これらの条 件下での結果は半導体の製造現場での状況を反映してい るものと考えている。かかる照射条件での重量変化は、

【0018】本発明のフィラーに該当する物質として は、たとえばポリイミド、ポリアミドイミド、ポリエー テルイミドなどのイミド構造を有するイミド系フィラ ー;ポリアリレート、ポリスルホン、ポリエーテルスル ホン、ポリフェニレンスルフィド、ポリエーテルエーテ ルケトン、ポリオキシベンゾエートなどの耐熱温度が1 50°C以上のエンジニアリングプラスチック製の有機物 フィラーなどがあげられる。

【0019】とれらのうち、前記式(1)で示されるイ ス件の点から好ましい。

【0020】かかるフィラーは架橋性エラストマーに配 合されて架橋性エラストマー組成物となる。架橋性エラ ストマーとしては、フッ素系エラストマー、シリコーン 系エラストマーなどが使用できるが、耐熱性の点からフ ッ素系エラストマーが好ましい。

【0021】本発明に好適に使用され得るフッ素系エラ ストマーとしては、従来からシール材用、特に半導体製 造装置のシール材用に用いられているものであれば特に 制限はなく、たとえば式(1):

[0022]

【化1】

$$\leftarrow \text{CH}_2 - \text{CF}_2 \xrightarrow[]{n} \leftarrow \text{CF}_2 - \text{CF}_3 \xrightarrow[]{c} \text{F}_3$$

[0023] (式中、mは85~60、nは15~4 O)もしくは式(II):

[0024]

[化2]

$$\leftarrow \operatorname{CF}_2 - \operatorname{CF}_2 \xrightarrow{\mathfrak{g}} \leftarrow \operatorname{CF}_2 - \operatorname{CF}_3 \xrightarrow{\mathfrak{g}} \operatorname{OR}_{\mathbf{f}}$$

【0025】(式中、mは95~50、nは5~50、 R,は炭素数1~8のパーフルオロアルキル基)で示さ れる2元共重合体ゴム、式(III):

[0026]

[化3]

$$+ CH_2 - CF_2 \xrightarrow{1} + CF_2 - CF_2 \xrightarrow{m} + CF_2 - CF_3 \xrightarrow{n}$$

50

5

【0027】(式中、1は85~20、mは0~40、nは15~40)で示される3元共重合体ゴム、式(IV):

[0028] [化4]

【0029】(式中、1は95~45、mは0~10、nは5~45、X、YおよびZはそれぞれ独立してフッ 素原子または水素原子、R、は炭素数1~8のパーフル オロアルキル基)で示される3元共重合体ゴム、式 (V):

[0030]

【化5】

$$\leftarrow \operatorname{CF}_2 - \operatorname{CF}_2 \xrightarrow{1} \leftarrow \operatorname{CF}_2 - \operatorname{CF}_{n} \xrightarrow{n} \leftarrow \operatorname{CF}_2 - \operatorname{CF}_{i} \xrightarrow{n} \operatorname{OR}_{f}$$

【0031】(式中、1は95~35、mは0~30、nは5~35、R,は炭素数1~8のパーフルオロアルキル基)で示される3元共重合体ゴムなどがあげられる。これらの中でも、耐薬品性、耐熱性、耐ブラズマ性という点から、式(I)もしくは式(II)で示される2元共重合体ゴム、または式(III)で示される3元共重合体ゴムを用いるのが好ましい。

【0032】さらに、本発明におけるフッ素ゴム系シール材を構成するフッ素ゴムとしては、エラストマー性セグメントである共重合体と非エラストマー性セグメントである共重合体との共重合体もあげられる。

【0033】エラストマー性セグメントとは、非晶性でかつガラス転移点が25℃以下であるセグメントを示し、具体的に好ましい組成としては、たとえばTFE/PAVE/硬化部位を与える単量体(45~90/10~50/0~5。モル%、以下同様)、さらに好ましい組成は45~80/20~50/0~5、特に53~70/30~45/0~2である。

【0034】硬化部位を与える単量体としては、たとえばフッ化ビニリデン、CX,=CX-R,³CHRI(式中、XはH、FまたはCH,、R,³はフルオロアルキレン基、パーフルオロアルキレン基、フルオロポリオキシアルキレン基またはパーフルオロボリオキシアルキレン基、RはHまたはCH,)で示されるヨウ素含有単量体、

[0035] [化6]

$$CF_2 = CFO (CF_2 CF_{\frac{1}{2}} O + CF_2) X$$

【0036】(式中、XはCN、COOH、COOR

(Rは炭素数 $1\sim10$ のフッ素原子を含んでいてもよいアルキル基)、mは $0\sim5$ 、nは $1\sim3$)、臭素含有単量体などがあげられ、通常、ヨウ素含有単量体などが好適である。

【0037】また、非エラストマー性セグメントである 共重合体としては、

- (1) VdF/TFE (0~100/100~0)、特にVdF/TFE (70~99/30~1)、PTFE またはPVdF:
- 10 (2) エチレン/TFE/HFP(6~43/40~8 1/10~30)、3,3,3-トリフルオロプロピレン-1,2-トリフルオロメチル-3,3,3-トリフルオロプロピレン-1/PAVE(40~60/60~40);
 - (3) TFE/CF₁=CF-R₁(非エラストマー性 を示す組成範囲、すなわち、CF₁=CF-R₁が15 モル%以下);
 - (4) VdF/TFE/CTFE (50~99/30~0/20~1);
- 20 (5) VdF/TFE/HFP (60~99/30~0 /10~1);
 - (6) エチレン/TFE (30~60/70~40);
 - (7) ポリクロロトリフルオロエチレン (PCTFE);
 - (8) エチレン/CTFE (30~60/70~40) などがあげられる。 これらのうち、耐薬品性と耐熱性の 点から、特にPTFE およびTFE/CF $_{1}$ = CF-R $_{2}$ つ非エラストマー性の共重合体が好ましい。
- 【0038】シリコーン系エラストマーとしては、たと 30 えばシリコーンゴム、フルオロシリコーンゴムなどがあ げられる。

【0039】架橋性エラストマー組成物において、前記本発明のフィラーの配合量は架橋性エラストマー100 重量部に対して1~150重量部、好ましくは5~10 0重量部である。フィラーの配合量が少ないと機械的強度が充分ではなく、多すぎると伸びなどに劣る。

【0040】とのフィラー含有架橋性エラストマー組成物は、各種成形品の成形材料として、または各種エラストマー性成形物のコーティンング用の材料として有用で40ある。

【0041】成形用の架橋性エラストマー材料とするには、前記架橋性エラストマー100重量部に対して前記フィラーを $1\sim150$ 重量部、好ましくは $5\sim100$ 重量部、および架橋剤を $0.05\sim10$ 重量部、好ましくは $0.5\sim5$ 重量部含有させればよい。

[0042] 架橋剤は架橋性エラストマーの架橋性基 (キュアサイト) の種類によって適宜選定すればよい。

【0043】架橋系としては、たとえばパーオキサイド 架橋系、ポリオール架橋系、ポリアミン架橋系、トリア

50 ジン架橋系、オキサゾール架橋系、イミダゾール架橋

系、チアゾール架橋系などにより行なうことができる。 【0044】パーオキサイド架橋に用いる有機過酸化物 としては、加硫温度条件下でパーオキシラジカルを発生 する公知有機過酸化物ならいずれでもよく、好ましい有 機過酸化物は、ジーt-ブチルパーオキサイド、ジクミ ルパーオキサイド、2、5-ジメチル-2、5-ジ(ベ ンゾイルパーオキシ) ヘキサン、2,5-ジメチルー 2. 5-ジ(t-ブチルパーオキシ) ヘキサンなどであ る。

【0045】ポリオール架橋に用いる架橋剤としては、 ビスフェノールA、ビスフェノールAFなどの多価アル コール化合物があげられる。

【0046】ポリアミン架橋に用いる架橋剤としては、 ヘキサメチレンジアミンカルバメート、N. N´ージシ ンナミリデンー1,6-ヘキサンジアミン、4,4'-ビス (アミノシクロヘキシル) メタンカルバメートなど の多価アミン化合物があげられる。

【0047】トリアジン架橋に用いる架橋剤としては、 テトラフェニルスズ、トリフェニルスズなどの有機スズ 化合物があげられる。

【0048】オキサゾール架橋系、イミダゾール架橋 系、チアゾール架橋系に使用する架橋剤としては、たと えば式(VI):

[0049]

[化7]

$$R^{5}$$
 R^{3} R^{5} (VII)

-、炭素数1~6のアルキレン基、炭素数1~10のパ ーフルオロアルキレン基または単結合手であり、R'お よびR'は一方が-NH,であり他方が-NH,、-OH または-SH、好ましくはR'およびR'のいずれも-N H,である)で示されるビスジアミノフェニル系架橋 剤、ビスアミノフェノール系架橋剤、ビスアミノチオフ ェノール系架橋剤、式(VII):

[0051]

【化8】

$$R^{6} \longrightarrow R^{3} \longrightarrow R^{6} \qquad (MI)$$

(式中、 R^3 は前配と同じ、 R^6 は -Cまたは - C < NOH NH2

【0052】で示されるピスアミドラゾン系架橋剤、式 (VIII) または(IX):

[0053]

[169]

【0054】(式中、R, は炭素数1~10のパーフル オロアルキレン基)、

[0055]

【化10】

$$\begin{array}{c|c}
NH_2 & NH_2 \\
 & | & | \\
HON = C - (CF_2) - C = NOH
\end{array}$$
(X)

【0056】(式中、nは1~10の整数)で示される ピスアミドキシム系架橋剤などがあげられる。これらの ビスアミノフェノール系架橋剤、ビスアミノチオフェノ ール系架橋剤またはピスジアミノフェニル系架橋剤など は従来ニトリル基を架橋点とする架橋系に使用していた ものであるが、カルボキシル基およびアルコキシカルボ ニル基とも反応し、オキサゾール環、チアゾール環、イ ミダゾール環を形成し、架橋物を与える。

【0057】特に好ましい架橋剤としては複数個の3-20 アミノー4ーヒドロキシフェニル基、3ーアミノー4ー メルカプトフェニル基または式:

[0058]

【化11】

$$R^{1}$$

【0059】(式中、R'は前記と同じ、R'とR'は前 記のR'およびR'と同じ)で示される3, 4 -ジアミノ 【0050】(式中、R'は-SO,-、-O-、-CO 30 フェニル基を有する化合物があげられ、具体的には、た とえば2、2-ビス(3-アミノ-4-ヒドロキシフェ ニル) ヘキサフルオロプロパン (一般名: ビス (アミノ フェノール) AF)、2、2 - Uス (3 - T \in 1 + 1メルカプトフェニル) ヘキサフルオロプロパン、テトラ アミノベンゼン、ビス-3,4-ジアミノフェニルメタ ン、ピスー3、4ージアミノフェニルエーテル、2、2 - ピス(3,4-ジアミノフェニル)へキサフルオロブ ロパンなどである。

> 【0060】架橋剤の配合量は、架橋性エラストマー1 40 00重量部に対し、通常0.05~10重量部、好まし くは1~5重量部である。0.05重量部より少ない と、架橋性エラストマーが充分架橋されず、一方10重 量部を超えると、架橋物の物性を悪化させる。

【0061】本発明、特にコーティング用の材料として 使用する場合は、さらに多官能性共架橋剤などの架橋助 剤を用いることができる。使用する多官能性共架橋剤と しては、たとえばトリアリルシアヌレート、トリメタア リルイソシアヌレート、トリアリルイソシアヌレート、 トリアクリルホルマール、トリアリルトリメリテート、

50 N, N'-m-フェニレンピスマレイミド、ジアリルフ

10

タレート、テトラ アリルテレフタールアミド、トリス (ジアリルアミン) -S-トリアジン、亜リン酸トリアリル、N、N-ジアリルアクリルアミド、1、6-ジビニルドデカフルオロヘキサンに代表されるビスオレフィンなどがあげられる。

【0062】架橋助剤の配合量は、架橋性エラストマー 100重量部に対し、通常0.1~10重量部、好まし くは0.5~5重量部である。

【0063】架橋助剤の含有量が0.1重量部より少ないと、架橋性エラストマーが充分架橋されず、一方10 10重量部を超えると架橋物の伸びが低下する。

【0064】本発明において、特に高純度かつ非汚染性が要求されない分野では、必要に応じて架橋性エラストマー組成物に配合される通常の添加物、たとえば充填剤、加工助剤、可塑剤、着色剤などを配合することができ、前記のものとは異なる常用の架橋剤や架橋助剤を1種またはそれ以上配合してもよい。

【0065】本発明の組成物および成形用またはコーティング用材料は、上記の各成分を、通常のエラストマー用加工機械、たとえば、オープンロール、バンバリーミ 20 キサー、ニーダーなどを用いて混合することにより調製することができる。この他、密閉式混合機を用いる方法やエマルジョン混合から共凝析する方法によっても調製することができる。

【0066】上記組成物および材料から予備成形体を得る方法は通常の方法でよく、金型にて加熱圧縮する方法、加熱された金型に圧入する方法、押出機で押出す方法など公知の方法で行なうことができる。ホースや電線などの押出製品の場合は押出後も形を保持することが可能なので、架橋剤を使用せずに押出した予備成形体をそ 30のまま用いることができる。もちろん架橋剤を使用してスチームなどによる加熱架橋を施した予備成形体を用いることも可能である。また〇ーリングなどの型物製品で未架橋状態では離型後も形を保持することが困難な場合は、架橋剤を使用してあらかじめ架橋した予備成形体を用いることにより実施可能となる。

【0067】またパーオキサイド架橋を行なう場合、通常の架橋性エラストマーの架橋条件下で行なうことができる。たとえば、金型に入れ、加圧下において120~200℃で1~60分間保持することによってプレス架橋を行ない、続いて120~250℃の炉中で0~48時間保持することによってオーブン架橋を行なうと、架橋物を得ることができる。

【0068】本発明においてピスアミノフェノールなど

の架橋剤を用いてオキサゾール架橋を行なう場合、通常の架橋性エラストマーの架橋条件下で行なうことができる。たとえば、金型に入れ、加圧下において120~250℃で1~60分間保持することによって、プレス架橋を行ない、続いて120~320℃の炉中で0~48時間保持することによってオーブン架橋を行なうと、架橋物を得ることができる。また公知の架橋性エラストマーの架橋方法、たとえばポリアミン架橋やポリオール架橋、バーオキサイド架橋の配合にビス(アミノフェノール)AFなどを添加して併用架橋することもできる。

【0069】また、カルボキシル基をビスジアミノフェニル系架橋剤で架橋するイミダゾール架橋は、カルボキシル基を末端以外に有するカルボキシル含有ポリマーに最適であり、比較的低い架橋温度(たとえば150~230℃、好ましくは170~200℃)で良好な物性をもつ架橋物を与える。

【0070】半導体関連製造装置などの非汚染性を強く 求められる用途のばあい、架橋剤などを添加せずに高エネルギー線架橋をするのが好ましい。架橋源としては、 α線、β線、γ線、X線などの放射線、電子線、紫外線 などが用いられる。

【0071】予備成形体に照射される高エネルギー線は、たとえば電子線の場合、照射線量は5~500kG yが好ましく、さらに10~300kG yが好ましい。5kG y よりも少ないと電子線の照射による機械的強度の改善が不充分となり、500kG y より多いとエラストマーの崩壊が進行し、分子間結合が一部切断されて成形体の機械的強度が低下する。また、機械的強度の改善のためには線量率は500kG y / h r 以上が好ましく、さらに1000kG y / h r が好ましい。

【0072】本発明は上記組成物または成形用材料を架橋成形して得られる成形品に関する。さらに、上記コーティング用材料でエラストマー性成形物を被覆し架橋して得られる被覆成形品にも関する。

【0073】被覆されるエラストマー性成形物としては、各種のエラストマー性の材料で作製された物品が使用できるが、特に耐熱性の点からフッ素系エラストマーやシリコーン系エラストマーなどが好ましい。

きる。たとえば、金型に入れ、加圧下において120~ 【0074】本発明の成形品および被覆成形品はつぎの 200℃で1~60分間保持することによってブレス架 40 表1、表2および表3に示す分野の各種成形品として有 橋を行ない、続いて120~250℃の炉中で0~48 用である。

[0075]

【表1】

		11													=	12		
	日最	O(角)リング、パッキン、シール材、チューブ、ロール、コーティング、ライニング、ガスケット、ダイアフラム、ホースコーティング、ライニング、ガスケット、ダイアフラム、ホース	ガスケット、シャフトシール、パルブステムシール、シール材、 ホース	ホース、シール材	0(角)リング、チューブ、バッキン、バルブ芯材、ホース、シール材、ダイアフラム	ダイアフラム、O(角)リング、バルブ、チューブ、バッキン、ホース、シール村	山		樹脂、ライニング、パルブ、パッキン、ロール、ホース、ダイアフラム、 0(角)リング、チューブ、シール材		薬栓	11-a	ルーロ	ルーロ	ルーロ	チャープ	ライニング、バルブ、パッキン、ロール、ホース、ダイアフラム、 O(角)リング、チューブ、シール材	N-a
HX.	最終品	CVD接置 ドライエッチング装置 ウェットエッチング装置 砂化拡散装置 スパッタリング装置 アッシング装置 洗浄装置 イオンだ入装置	がびに周辺装置	AT装置	燃料がある。このは海辺装置	 探料系統	燃料系统		農薬、強料、 品製造工程	(石油)	薬枠	フィルム現像機	X線フィルム現像機	ルーロ諸山	塗装ロール		食品製造工程	鉄板加工ロール
	最終製品	平導体製造装置 液晶パネル製造装置 プラズマパネル製造装置	自動車			航空機	ロケット	松節	プラント		医薬品	现像機		印刷機械	塗装設備			鉄板加工設備
		一班随牧	輪送機自動車			航空機	ロケット	36 90	化学品		業品	Γ		印刷	塗装			金属 鉄鍋
	蜂界	第	製紙						存			機械					食品	金属

[0076]

【表2】

表 2

業界 基本ニーズ 電気 耐プラズマ性、耐酸性、耐アルカリ性、耐アミン性、耐オゾン性、 耐ガス性、耐薬品性、クリーン性、耐熱性 輸送機耐熱性、耐アミン性 耐熱性、耐アミン性 耐燃料性、燃料透過性、耐熱性 耐燃料性、燃料透過性、耐熱性 耐燃料性、燃料透過性、耐熱性 耐燃料性、燃料透過性、耐熱性 化学 耐薬品性、耐溶剂性、耐熱性 耐薬品性、耐溶剂性、耐熱性 クリーン性 機械 耐薬品性 耐薬品性 耐溶剤性 耐溶剤性 食品 耐薬品性、耐溶剤性、耐熱性 金属 耐熱性、耐酸性

[0077]

16

表 3

業界	具体名称
	該当当製品品表質のペートーツがイング、シング、シング、リカイング、対対 シーグ、材 シーグ、対 カー・マング、シング、カー・アング、シング、カー・アング、シング、カー・アング、シング、カー・アング、シング、カー・アング、シング、カー・アン・アング、カー・アン・アン・アン・アンカー・アン・アン・アン・アング、カー・アン・アン・アン・アン・アン・アン・アン・アン・アン・アン・アン・アン・アン・
化学	
機械	現像ロール 現像ロール グラビアロール ガイドロール 磁気テープ製造塗工ラインのグラビアロール 磁気テープ製造塗工ラインのガイドロール 各種コーティングロール
食品	
金属	

【0078】特に具体的には次のような半導体製造装置に組み込んで用いることができる。
【0079】(1)エッチング装置ドライエッチング装置フラズマエッチング装置反応性イオンエッチング装置反応性イオンピームエッチング装置スパッタエッチング装置イオンピームエッチング装置ウェットエッチング装置アッシング装置(2)洗浄装置

乾式エッチング洗浄装置
40 UV/O,洗浄装置
イオンビーム洗浄装置
レーザービーム洗浄装置
プラズマ洗浄装置
ガスエッチング洗浄装置
抽出洗浄装置
ソックスレー抽出洗浄装置
高温高圧抽出洗浄装置
マイクロウェーブ抽出洗浄装置
超臨界抽出洗浄装置

50 (3)露光装置

ステッパー

٠.,

コータ・デベロッパー

(4)研磨装置

CMP装置

(5)成膜装置

CV D装置

スパッタリング装置

(6)拡散・イオン注入装置

酸化拡散装置

イオン注入装置

とれらのうち、特にプラズマ処理が行なわれる装置、た とえばCVD装置、プラズマエッチング装置、反応性イ オンエッチング装置、アッシング装置、エキシマレーザ - 露光機のシール材として優れた性能を発揮する。

[0080]

【実施例】つぎに本発明を実施例をあげて説明するが、 本発明はかかる実施例のみに限られるものではない。

【0081】実施例1

ポリイミドフィルムをガラス製のシャーレに入れ窒素寡 囲気にて150℃で60分間加熱し、サンプルを作製し 20 フィラーとしてポリテトラフルオロエチレン粉末(ダイ た。

【0082】とのサンブルについて、つぎの条件下でブ ラズマ照射処理を施し、照射前後の重量を測定して重量 変化を調べた。結果を表4に示す。

【0083】使用プラズマ昭射装置:マーチ・インスツ ルメンツ (March Instruments) 社製のPX-100

【0084】照射条件:

酸素プラズマ照射処理

ガス流量:200sccm

RF出力:400W

圧力:280ミリトール

エッチング時間:54分間

CF,ブラズマ照射処理

ガス流量:200sccm

RF出力:400₩

*圧力:280ミリトール

エッチング時間:54分間

【0085】照射操作:プラズマ照射装置のチャンバー 内の雰囲気を安定させるために、チャンバー前処理とし て5分間かけて実ガス空放電を行なう。 ついでサンブル を入れたシャーレをRF電極の中心部に配置し、上記の 条件で照射する。

18

【0086】重量測定:シャルトリウス (Sartorius)

・GMBH(株)製の電子分析天秤2006MPEを使用 10 し、0.01mgまで測定し0.01mgの桁を四捨五

【0087】サンブルは1種類につき3個使用し、平均 で評価する。

【0088】比較例1

入する。

フィラーとして黒鉛化カーボンブラック (東海カーボン (株)製の#3885。平均粒径15 µm) を用いたほか は実施例1と同様にしてプラズマ照射し、照射前後の重 量変化を調べた。結果を表4に示す。

【0089】比較例2

キン工業(株)製のルブロンL5 F。平均粒径5μm)を 用いたほかは実施例1と同様にしてプラズマ照射し、照 射前後の重量変化を調べた。結果を表4に示す。

【0090】比較例3

フィラーとしてルチル型酸化チタン粉末(富士チタン (株)製のTM-1。平均粒径0.40 µm) を用いたほ かは実施例1と同様にしてプラズマ照射し、照射前後の 重量変化を調べた。結果を表4に示す。

【0091】比較例4

30 フィラーとして乾式シリカ ((株)龍森製の1-FX。平 均粒径0.38 µm)を用いたほかは実施例1と同様に してプラズマ照射し、照射前後の重量変化を調べた。結 果を表4に示す。

[0092]

【表4】

表

	照射面積		酸素プラ	ズマ照射	処理	CF4プラズマ照射処理					
	(cm ²)	照射前 (g)	照射後 (g)		重量変化 (mg/cm²·hr)	照射前 (g)	照射後 (g)	重量差 (g)	重量変化 (mg/cm²·hr)		
実施例 1	18.1	16.0001	15. 9968	-0.0033	-0.3646	16.0019	16.0002	-0.0017	-0.1878		
比較例1	18.1	20. 1771	20. 0131	-0.1640	-10.0675	20.0009	20. 0414	0.0405	2.4862		
比較例 2	14.5	17. 2739	17. 1441	-0.1298	-9.9464	17. 1397	17. 1392	-0.0005	-0. 0383		
比較例3	14.5	18. 5366	18. 5378	0.0012	0.0920	18.5364	18. 4721	-0.0643	-4. 9272		
比較例4	14.5	16.4553	16. 4565	0.0012	0.0920	16.4548	16. 3998	-0. 0550	-4. 2146		

【0093】表4から明らかなように、カーボンブラッ ク(比較例1) およびポリテトラフルオロエチレン粉末 (比較例2)では酸素ブラズマ照射により大きく重量が 50 大きく重量減少が生じている。なお、比較例1のCF。

減少しており、また酸化チタン粉末(比較例3)および 乾式シリカ(比較例4)ではCF、プラズマ照射により

プラズマ照射において重量が増加しているが、これはCF、プラズマによりカーボンブラックは一部フッ素化されたためと考えられる。これらに対し、本発明のフィラーでは酸素プラズマ照射およびCF、プラズマ照射のいずれにおいても極めて重量が安定していることがわかる。

19

[0094]

*

*【発明の効果】本発明によれば、酸素プラズマ照射およびCF。プラズマ照射のいずれにおいても重量変化が小さいので、架橋性エラストマーに配合するときには、極めて異物の混入を嫌う半導体製造装置における封止のためのシール材など用の組成物、さらにはシール材といった成形品を提供できる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.'	•	識別記号	FI		テーマコード(参考)
C08K	5/3477		C 0 8 K	5/3477	5 F O O 4
C08L	27/12		C08L	27/12	
	83/04			83/04	
C09D	7/12		C09D	7/12	Α
	127/12			127/12	
C09K	3/10		C09K	3/10	G
					М
					Z
H01L	21/3065		H01L	21/302	В

(72)発明者 山外 隆文

大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン 工業株式会社淀川製作所内

(72)発明者 岸根 充

大阪府摂津市西一津屋1番1号 ダイキン 工業株式会社淀川製作所内 Fターム(参考) 4F006 AA18 AA42 AB19 AB39 CA08

DA04

4F071 AA26 AA60 AA67 AE02 AG16 RC01 BC07

4H017 AA03 AA04 AA39 AB12 AB15

AB17 AD06 AE05 43002 BD14W BD15W BD16W CF16X

CH09X CM05X CN01X CN03X

CP03W CP08W EH146 EJ036

EK036 EK056 EN086 EN096 EN106 EN116 ER016 ES016

EU026 EU196 EV226 EW066

EZ016 FD146 GH01 GH02 GJ02 GQ00

43038 CD091 CD121 CD131 DF052

DJ022 DJ052 DK002 DK012

KA08 MA02 PB09

5F004 AA15 AA16 BB29 BB30 BC01

DA01 DA26